

PUB-NO: DE019609439A1
DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 19609439 A1
TITLE: Prodn. of pure cobalt@ for sputtering targets for electronics use
PUBN-DATE: September 19, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SHINDO, YUICHIRO	JP
SUZUKI, TSUNEO	JP

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
JAPAN ENERGY CORP	JP

APPL-NO: DE19609439
APPL-DATE: March 11, 1996

PRIORITY-DATA: JP08083195A (March 14, 1995)

INT-CL (IPC): C25C001/08 , C25C007/04 , C22C019/07 , C23C014/34

ABSTRACT:

Process for producing highly pure Co comprises: (a) contacting an aq. soln. of cobalt chloride having a HCl acid concn. of 7 - 12 N and contg. at least Fe and / or Ni as impurities with an ion exchange resin so that the Co is adsorbed by the resin; (b) eluting the Co using 1 - 6 N HCl acid as eluent; (c) evaporating the soln. contg. the eluted Co and drying or concentrating in another way and producing a cleaned aq. soln. of cobalt chloride having a pH of 0 - 6; and (d) electrolytically refining using the cobalt chloride aq. soln. as electrolyte. Also claimed are: (i) a process as above contg. a further step before the electrolytic refining of (d') removing organic contaminants from the cleaned cobalt chloride aq. soln. using activated charcoal; (ii) a process as above in which the original aq. soln. of cobalt chloride contains additional impurities, namely alkali metals like K and Na, and radioactive metals such as U and Th; and (iii) sputtering targets made of highly pure Co having content of impurity elements as follows: Na 0.05 ppm or less; K 0.05 ppm or less; Fe 1 ppm or less; Ni 1 ppm or less; Cr 1 ppm or less; U 0.01 ppb or less; Th 0.01 ppb or less; C 50 ppm or less or 10 ppm or less;

and 0 100 ppm or less.



⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 09 439 A 1**

⑤ Int. Cl.⁸:
C 25 C 1/08
C 25 C 7/04
C 22 C 19/07
C 23 C 14/34
// H01J 37/34

⑳ Aktenzeichen: 196 09 439.9
㉑ Anmeldetag: 11. 3. 96
㉒ Offenlegungstag: 19. 9. 96

DE 196 09 439 A 1

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①
14.03.95 JP 7-80831 23.02.96 JP 8-60362

㉗ Anmelder:
Japan Energy Corp., Tokio/Tokyo, JP

㉘ Vertreter:
Schwan, G., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 81739 München

㉙ Erfinder:
Shindo, Yuichiro, Toda, Saitama, JP; Suzuki,
Tsuneo, Toda, Saitama, JP

⑤④ Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt und Sputtering-Targets aus hochreinem Kobalt

⑤⑦ Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt, bei dem eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäurekonzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni als Verunreinigung enthält, mit einem Anionenaustauscherharz kontaktiert wird, auf dem Kobalt adsorbiert wird; Kobalt unter Verwendung von 1 bis 6N Chlorwasserstoffsäure eluiert wird; die Lösung konzentriert und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird; und eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten. Die Erfindung hat ferner ein Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt mit folgenden Gehalten zum Gegenstand: Na \leq 0,05 ppm; K \leq 0,05 ppm; Fe \leq 1 ppm; Ni \leq 1 ppm; Cr \leq 1 ppm; U \leq 0,01 ppb; Th \leq 0,01 ppb; C \leq 50 ppm; O \leq 100 ppm; Rest Kobalt und unvermeidbare Verunreinigungen.

DE 196 09 439 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt sowie ein unter Verwendung von letzterem hergestelltes Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt. Das erfindungsgemäß hergestellte hochreine Kobalt hat einen hohen Reinheitsgrad und weist insbesondere minimale Mengen an Alkalimetallelementen, radioaktiven Elementen und Übergangsmetallelementen auf. Es enthält ferner nur minimale Mengen an Gas oder an vergasungsfähigen Komponenten, und es eignet sich zur Verwendung als Targetwerkstoff, zur Bildung von VLSI-Elektroden und -Leitern oder -Verdrahtungen, verschiedenen Filmen und dergleichen.

Polysilizium wurde bisher in Elektroden oder Leitern von LSI-Halbleiteranordnungen verwendet. Im Zuge der Tendenz zu höherer Integration von LSI-Halbleiteranordnungen wurden in großem Umfang Silizide von Molybdän, Wolfram und dergleichen eingesetzt. Derzeit erfährt die praktische Verwendung von Siliziden von Titan und Kobalt zunehmende Aufmerksamkeit. Auch Versuche, Kobalt als Leiter oder Verdrahtungen anstelle von bisher benutztem Aluminium oder Aluminiumlegierungen nehmen zu. Die Elektroden, Leiter oder Verdrahtungen aus Kobalt oder Kobalt-Silizid werden typischerweise ausgebildet, indem ein Kobalttarget in einer Argonatmosphäre zerstäubt wird.

Es ist wichtig, daß Halbleiterbauteile nach dem Zerstäuben (Sputtern) für Halbleiteranordnungen schädliche Metallverunreinigungen nur in minimalen Mengen enthalten. Das heißt, es ist wesentlich, daß (1) Alkalimetalle, wie Na, K und dergleichen, (2) radioaktive Elemente, wie U, Th und dergleichen, sowie (3) Übergangsmetalle, wie Fe, Ni, Cr und dergleichen, bis auf ein Minimum eliminiert werden.

Alkalimetalle, wie Na, K und dergleichen, bewegen sich leicht in Gate-Isolierfilmen, und sie können Verschlechterungen von MOS-LSI-Grenzschichteigenschaften bewirken. Radioaktive Elemente, wie U, Th und dergleichen, können Softfehler von Vorrichtungselementen aufgrund von Alpha-Strahlen verursachen, die von diesen radioaktiven Elementen emittiert werden. Schwere Metalle, wie Fe, Ni, Cr und dergleichen, können zu Schwierigkeiten bei einem Anschluß an der Grenzschicht führen.

Handelsüblich verfügbares Kobalt, sogenanntes Roh-Stückkobalt, enthält mehrere zig ppm Fe und mehrere 1 ppm Ni als Verunreinigungen. Als Verfahren zur Herstellung von hochreinem Kobalt aus solchem Rohkobalt kommt in erster Linie ein elektrolytisches Raffinieren in Betracht. Beim elektrolytischen Raffinieren ist jedoch eine hochgradige Reinigung mit dem normalen elektrolytischen Raffiniervorgang schwierig, weil die Standard-Elektroden-Potentiale der Verunreinigungen Ni und Fe und das Standard-Elektroden-Potential von Co sehr nahe beieinanderliegen. Um beim elektrolytischen Raffinieren für eine hochgradige Reinigung zu sorgen, muß diese durchgeführt werden, während die Verunreinigungen im Elektrolyten durch einen Lösungsmittel-Extraktionsprozeß oder dergleichen beseitigt werden, d. h., während die Konzentrationen an Ni und Fe in dem Elektrolyten im Mittel auf nicht mehr als 1,3 mg/l (Liter) bzw. nicht mehr als 0,1 mg/l gehalten werden, wenn die Co-Konzentration im Elektrolyten 40 bis 60 g/l beträgt. Dies erfordert eine sehr genaue Steuerung oder Regelung. Zum Beseitigen von Ni durch Lösungsmittel-Extraktion ist ferner ein spezielles Lösungsmittel, wie ALKYLOXYM und andere, notwendig, und es wird auch eine komplexe Arbeitsweise erforderlich, weil Kobalt mit extrahiert wird. Außerdem besteht das Problem, daß das extrahierende Lösungsmittel in dem Elektrolyten gelöst wird und dadurch Verluste eintreten.

Ein weiteres Problem besteht darin, daß sich zuweilen elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt von einem Kathodenblech abschält. Es treten auch Fälle auf, in denen es sich als schwierig erweist, die Gehalte von Gaskomponenten (worunter vorliegend sowohl gasförmige Komponenten als auch vergasungsfähige Komponenten verstanden werden sollen), wie Kohlenstoff, Sauerstoff und andere, zu senken. Solche Gaskomponenten, wie C, O und dergleichen, werden als unerwünscht angesehen, da mit ihnen eine Partikelerzeugung verbunden ist, wenn solches Kobalt als Sputtering-Target verwendet wird.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu schaffen, das in der Lage ist, auf stabile und unkomplizierte Weise ein hochreines Kobalt mit einem Reinheitsgrad von 5N (99,999%, im folgenden einfach als 5N bezeichnet) oder höher zu erzeugen, das minimale Mengen an Alkalimetallelementen, radioaktiven Elementen und Übergangsmetallelementen enthält und das sich für die Erzeugung von Sputtering-Targets und andere Anwendungen eignet.

Mit der vorliegenden Erfindung soll ferner ein Verfahren geschaffen werden das auf stabile und leichte Weise hochreines Kobalt erzeugen kann, das Reinheitsgrade von 5N oder höher hat und das nicht nur minimale Mengen an Alkalimetallelementen, radioaktiven Elementen und Übergangsmetall sondern auch minimale Mengen an Gaskomponenten und anderen Verunreinigungen enthält und das sich für die Herstellung von Sputtering-Targets und andere Anwendungen eignet.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist die Schaffung eines Sputtering-Targets aus hochreinem Kobalt mit einem Reinheitsgrad von 5N oder höher, das nicht nur minimale Mengen an Alkalimetallelementen, radioaktiven Elementen und Übergangsmetallelementen, sondern auch minimale Mengen an Gaskomponenten und anderen Verunreinigungen enthält.

Es wurde gefunden, daß durch Kombination eines Anionen-Austausch-Prozesses und eines elektrolytischen Raffinationsprozesses, gegebenenfalls weiter kombiniert mit einem Vakuum-Schmelzprozeß, ein hochreines Kobalt auf stabile und einfache Weise mit niedrigen Kosten und auf Massenproduktionsbasis hergestellt werden kann.

Mit der Erfindung wird insbesondere ein Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt geschaffen, bei dem:

- a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäure-Konzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni als Verunreinigung enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt

gebracht wird, so daß Kobalt von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert wird;

b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;

c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird; 5

und
d) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten.

Es zeigte sich, daß bei dem vorstehend skizzierten kombinierten Verfahren aus Anionenaustauschprozeß und elektrolytischem Raffinationsprozeß nach und nach gewisse organische Stoffe aus dem Anionenaustauscherharz in die Elutionslösung gelangen, beispielsweise während des Einmischens in einen Elektrolyten, wobei sie ihrerseits möglicherweise in ein aus elektrochemisch abgeschiedenem Kobalt erzeugtes Target oder dergleichen als Gaskomponenten, beispielsweise Kohlenstoff, Sauerstoff und dergleichen, gelangen. Es zeigte sich, daß durch Kombination eines Anionenaustausch-Prozesses und eines elektrolytischen Raffinationsprozesses unter Einschluß einer Aktivkohle-Behandlung, gegebenenfalls ferner kombiniert mit einem Vakuumschmelzprozeß, ein insbesondere für Sputtering-Targets geeignetes hochreines Kobalt auf stabile und einfache Weise mit niedrigen Kosten und auf Massenproduktions-Basis hergestellt werden kann, wobei dieses Kobalt nicht nur einen besonders niedrigen Gehalt an Alkalimetallelementen, radioaktiven Elementen und Übergangsmetallelementen, sondern auch einen besonders niedrigen Gehalt an Gaskomponenten hat. 10 15 20

Basierend auf diesen Erkenntnissen wird mit der Erfindung ferner ein Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt geschaffen, bei dem:

a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäure-Konzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni als Verunreinigung enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, so daß Kobalt von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert wird; 25

b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;

c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird; 30

d) in der gereinigten wäßrigen Lösung von Kobaltchlorid vorhandene organische Stoffe durch Behandlung mit Aktivkohle beseitigt werden; und

e) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten. 35

Insbesondere wird mit der vorliegenden Erfindung auch ein Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt geschaffen, bei dem:

a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäure-Konzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni, Alkalimetalle, wie Na und K, sowie radioaktive Metalle, wie U und Th, als Verunreinigungen enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, so daß Kobalt sowie Fe und U von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert werden; 40

b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;

c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird; 45

d) in der gereinigten wäßrigen Lösung von Kobaltchlorid vorhandene, von dem Anionenaustauscherharz abgeleitete organische Stoffe durch Behandlung mit Aktivkohle beseitigt werden; und

e) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten. 50

Weil die Möglichkeit besteht, daß Verunreinigungen, wie Fe, in der Aktivkohle in erheblicher Menge enthalten sind, wird in einem solchen Fall die Aktivkohle vorzugsweise mit einer Säure vorbehandelt.

In dem vorstehend genannten Verfahren werden bei dem elektrolytischen Raffinieren vorzugsweise Anode und Kathode durch eine Zwischenwand oder eine Anionenaustauschermembran getrennt, und die gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid wird in die Kathodenseite mindestens intermittierend eingegeben, während der Anolyt mindestens intermittierend abgezogen wird. Vorzugsweise wird ferner der abgezogene Anolyt zwecks Wiederverwendung mit dem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht, nachdem seine Chlorwasserstoffsäure auf 7 bis 12N eingestellt wurde. 55

Vorteilhafterweise wird das elektrochemisch abgeschiedene Kobalt in einem Vakuumschmelzverfahren, beispielsweise einem Elektronenstrahl-Schmelzverfahren oder dergleichen, geschmolzen, um darin enthaltene kleinere Mengen an flüchtigen Elementen, wie Na, K und dergleichen, zu entfernen. 60

Mit der vorliegenden Erfindung wird ferner ein Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt geschaffen, bei dem der Na-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der K-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der Fe-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Ni-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Cr-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der U-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der Th-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der C-Gehalt 50 ppm oder weniger beträgt; und der O-Gehalt 100 ppm oder weniger beträgt, und bei dem der Rest aus Kobalt und unvermeidbaren Verunreinigungen besteht. Mit der Erfindung wird des weiteren ein Sputtering- 65

Target aus hochreinem Kobalt geschaffen, bei dem der Na-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der K-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der Fe-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Ni-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Cr-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der U-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der Th-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der C-Gehalt 10 ppm oder weniger beträgt; und der O-Gehalt 100 ppm oder weniger beträgt, und bei dem der Rest aus Kobalt und unvermeidbaren Verunreinigungen besteht.

Die vorliegend verwendete wäßrige Lösung von Kobaltchlorid ist nicht näher spezifiziert. Im allgemeinen handelt es sich dabei um eine Lösung, die dadurch erhalten wird, daß handelsüblich verfügbares Rohkobalt, das mehrere zig ppm Fe und mehrere 100 ppm Ni als Verunreinigungen enthält, in Chlorwasserstoffsäure gelöst wird.

Die zum Lösen des Rohkobalts verwendete Chlorwasserstoffsäure ist keinen besonderen Beschränkungen unterworfen; es kann selbst industrielle Chlorwasserstoffsäure niedriger Reinheit benutzt werden. Der Grund dafür liegt darin, daß in Chlorwasserstoffsäure enthaltene Verunreinigungen zusammen mit Verunreinigungen im Kobalt durch das vorliegende Verfahren beseitigt werden können.

Eine zum Auflösen von Kobalt vorgesehene Einrichtung ist zweckmäßig mit einer Kühltrommel oder einem Kühlmantel sowie mit einer Anordnung zur Rückgewinnung von Chlorwasserstoffgas ausgestattet, um von der Chlorwasserstoffsäure effektiven Gebrauch zu machen. Für die Einrichtung können Werkstoffe wie Quarz, Graphit, Teflon (Warenzeichen der DuPont Company), Polyethylen oder andere Polymere benutzt werden.

Die Temperatur, bei welcher das Schmelzen durchgeführt wird, liegt im Bereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise im Bereich von 80 bis 95°C. Bei Temperaturen unter 50°C ist die Schmelzgeschwindigkeit zu niedrig, während andererseits bei Temperaturen über 100°C eine heftige Verdampfung auftritt, die mit großen Verlusten der Lösung verbunden ist.

Die Konzentration der Chlorwasserstoffsäure in der wäßrigen Kobaltchloridlösung wird vorzugsweise auf einen Endwert von 7 bis 12N eingestellt. Wenn sie beim Ionenaustausch unter 7N oder über 12N liegt, wird Kobalt kaum adsorbiert. Vorzugsweise liegt die Kobaltkonzentration im Bereich von 10 bis 70 g/l. Wenn die Kobaltkonzentration kleiner als 10 g/l ist, wird eine große Menge an Chlorwasserstoffsäure benötigt, was zu erhöhten Kosten führt. Liegt andererseits die Kobaltkonzentration über 70 g/l, tritt bei der höheren Chlorwasserstoffsäurekonzentration aufweisenden Lösung das Ausfällen von Kobaltchlorid bei Raumtemperatur, d. h. bei etwa 20°C, auf, was nicht zu bevorzugen ist.

Bei dem Anionenaustausch unter Verwendung der obengenannten wäßrigen Kobaltchloridlösung läßt man Kobalt auf dem Anionenaustauscherharz adsorbieren. Hinsichtlich des vorliegend verwendeten Harzes bestehen keine besonderen Beschränkungen, solange es sich nur um ein Anionenaustauscherharz handelt. Beispiele für brauchbare Anionenaustauscherharze sind DOWEX 1 x 8 und DOWEX 2 x 8 (hergestellt von der Fa. MUROMACHI KAGAKU K.K.), DIAION SA10 und dergleichen.

Kobalt bildet einen Chloridkomplex in Chlorwasserstoffsäure hoher Konzentration, und es liegt als Anion vor. Aus diesem Grund läßt man Kobalt auf dem Anionenaustauscherharz adsorbieren. Fe und U weisen ein ähnliches Verhalten wie Kobalt auf und man läßt sie gleichfalls auf dem Anionenaustauscherharz adsorbieren. Ni, Alkalimetalle, wie Na, K und dergleichen, sowie Th als Hauptverunreinigungen bilden jedoch keinen Chloridkomplex. Daher werden sie auf dem Harz nicht adsorbiert, und sie strömen aus der Harzkolonne aus.

Um in der Harzkolonne zurückbleibende Verunreinigungen zu eliminieren, wird das Harz unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 7 bis 12N gewaschen. Außerhalb dieses Konzentrationsbereichs wird möglicherweise Kobalt in unerwünschter Weise eluiert, weil die Bindung von Kobalt an das Anionenaustauscherharz schwach ist. Um nur auf dem Anionenaustauscherharz adsorbiertes Kobalt zu eluieren, wird dann als Elutionslösung Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N, vorzugsweise 3 bis 4N, benutzt. Unterhalb einer Konzentration von 1N werden Fe und U, die als Verunreinigungen gleichfalls adsorbiert wurden, in unerwünschter Weise zusammen mit Co eluiert. Oberhalb einer Konzentration von 6N wird das Eluieren von Co von dem Harz schwierig, und die Menge der verwendeten Chlorwasserstoffsäure wird unerwünscht groß.

Fe und U, die auf dem Anionenaustauscherharz adsorbiert bleiben, können dann leicht durch Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von weniger als 1N eluiert werden. Infolgedessen läßt sich das Anionenaustauscherharz regenerieren indem die Elution von Fe und U in einer zweckentsprechenden Stufe unter Berücksichtigung des Adsorptionsvermögens des verwendeten Anionenaustauscherharzes und anderer Faktoren durchgeführt wird.

Die wäßrige Kobaltchloridlösung mit eluiertem Kobalt kann als solche nicht für eine elektrolytische Raffination verwendet werden, weil die Konzentration der Chlorwasserstoffsäure zu hoch ist. Die wäßrige Kobaltchloridlösung, in der sich eluiertes Kobalt befindet, wird daher bis zum Trockenzustand eingedampft oder in anderer Weise konzentriert, worauf Wasser zugesetzt wird, um eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid herzustellen, die einen pH-Wert von 0 bis 6 hat und die als Elektrolyt verwendet wird.

Es empfiehlt sich, die Verdampfung bis zum Trockenzustand oder die Konzentration unter Verwendung einer rotierenden Verdampfungsvorrichtung oder dergleichen vorzunehmen. Die Temperatur für das Eindampfen bis zum Trockenzustand oder für die Konzentration soll nicht unter 80°C und vorzugsweise nicht unter 100°C liegen. Wenn die Temperatur niedriger als 80°C ist, wird die für die Verdampfung bis zum Trockenzustand oder für die Konzentration erforderliche Zeitspanne übermäßig lang. Die für das Verdampfen zum Trockenzustand oder für die Konzentration benötigte Zeitspanne läßt sich verkürzen, indem das Verfahren unter einem leichten Unterdruck unter Verwendung eines Aspirators oder dergleichen durchgeführt wird. Als Werkstoff für die Einrichtung zum Verdampfen bis zum Trockenzustand oder für die Konzentration eignet sich insbesondere Quarz, Graphit, Teflon (Warenzeichen der DuPont Company) oder dergleichen. Das erzeugte Chlorwasserstoffgas wird gekühlt und kondensiert, um beim Schmelzen des Kobalts oder beim Anionenaustausch wieder verwendet zu werden.

Es besteht auch die Möglichkeit, daß organische Stoffe in dem Anionenaustauscherharz (Styrol, Divinylbenzol, Amine und andere) nach und nach in den Prozeß austreten und sich mit der Lösung mischen. In einem solchen Fall wird eine Aktivkohle-Behandlung durchgeführt, um solche organische Stoffe zu beseitigen. Aktivkohle enthält möglicherweise Verunreinigungen, wie Fe und dergleichen. Vorzugsweise wird die Aktivkohle daher zuvor mit Säure behandelt, um die Verunreinigungen bei der Verwendung von Chlorwasserstoffsäure oder dergleichen auszuwaschen. Aktivkohle steht in Form von Partikeln, Fasern, Pulver und dergleichen zur Verfügung. Jede dieser Formen läßt sich verwenden, solange Verunreinigungen, wie Fe und dergleichen, nicht eingeschlossen sind.

Die Aktivkohlebehandlung erfolgt normalerweise nach dem Verdampfen und Trocknen oder Konzentrieren der eluierten Kobalt enthaltenden wäßrigen Kobaltchloridlösung worauf Wasser zur Einstellung des pH-Wertes auf 0 bis 6 zugesetzt wird. Die Verfahrensschritte brauchen jedoch nicht notwendigerweise in dieser Reihenfolge durchgeführt zu werden. Die Aktivkohlebehandlung kann zu einem beliebigen Zeitpunkt von der Kobaltelution bis zur elektrolytischen Raffination erfolgen.

Der pH-Wert der so hergestellten wäßrigen Kobaltchloridlösung wird zur Verwendung als Elektrolyt auf einen Wert von 0 bis 6, vorzugsweise von 1 bis 4, eingestellt. Wenn der pH-Wert unter 0 liegt, wird die Menge des entwickelten Wasserstoffs größer, und der Stromwirkungsgrad wird in unerwünschter Weise gesenkt. Ein pH-Wert von mehr als 6 wird nicht bevorzugt, weil Kobalt als Kobalhydroxid ausfällt.

Die Kobaltkonzentration wird in dem Elektrolyten während der elektrolytischen Raffination bei 10 bis 160 g/l, vorzugsweise 30 bis 130 g/l, gehalten. Eine Kobaltkonzentration von weniger als 10 g/l wird nicht bevorzugt, weil die Menge an entwickeltem Wasserstoff größer wird, was mit einem niedrigeren Stromwirkungsgrad einhergeht; außerdem steigen die Konzentrationen der Verunreinigungen in dem elektrochemisch abgeschiedenen Kobalt an. Wenn die Kobaltkonzentration über 160 g/l liegt, fällt Kobaltchlorid aus, was einen unerwünschten Einfluß auf die elektrochemische Abscheidung hat.

Die Stromdichte sollte im Bereich von 0,001 bis 0,1 A/cm² liegen. Die Verwendung einer Stromdichte von weniger als 0,001 A/cm² senkt die Produktivität; sie ist nicht effizient. Liegt die Stromdichte bei mehr als 0,1 A/cm², steigen die Verunreinigungskonzentrationen in dem elektrochemisch abgeschiedenen Kobalt an; außerdem wird der Stromwirkungsgrad in unerwünschter Weise gesenkt.

Die Temperatur für die elektrolytische Raffination liegt im Bereich von 10 bis 90°C und vorzugsweise im Bereich von 35 bis 55°C. Unter 10°C nimmt der Stromwirkungsgrad ab. Oberhalb von 90°C wird die Verdampfung des Elektrolyten in unerwünschter Weise heftig.

Ein Rohkobalt wird als Anode benutzt. Als Kathode kann ein Blech aus Kobalt, Titan oder dergleichen verwendet werden.

Zu den für die elektrolytische Zelle geeigneten Werkstoffen gehören Vinylchlorid, Polypropylen und Polyethylen.

Vorzugsweise werden bei der elektrolytischen Raffination die Anode und die Kathode durch eine Zwischenwand oder eine Anionenaustauschermembran voneinander getrennt, und die gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid (die den Katholyten bildet) wird in die Kathodenseite mindestens intermittierend eingegeben, während der Anolyt mindestens intermittierend abgezogen wird, so daß aus der Anode herausgelöste Verunreinigungen nicht in die Kathodenseite eintreten. Die Menge des zugesetzten Katholyten ist vorzugsweise mindestens gleich der Menge des abgezogenen Anolyten.

Es bestehen keine besonderen Beschränkungen hinsichtlich der verwendeten Zwischenwand oder Anionenaustauschermembran. Für die Zwischenwand eignen sich unter anderem "FILTER CLOTH PP-2020 und PP-100" (hergestellt von der Firma YASUZUMI ROSHI K.K.), "TEBIRON 1010" und dergleichen. Als Anionenaustauschermembran können unter anderem "AIONACK MA-3475" (hergestellt von der Firma MUROMACHI KAKU K.K.) und dergleichen verwendet werden.

Der abgezogene Anolyt kann umgewälzt werden, um wiederverwendet zu werden, nachdem seine Chlorwasserstoffsäure-Konzentration auf 7 bis 12N eingestellt ist, worauf er mit dem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird. Auf diese Weise kann die elektrolytische Raffination kontinuierlich durchgeführt werden.

Unter dem Begriff "mindestens intermittierend" soll vorliegend "kontinuierlich oder in Intervallen" verstanden werden.

Durch die elektrolytische Raffination werden kleinere Mengen der radioaktiven Elemente, wie U, Th, die in dem Elektrolyten verbleiben, von Kobalt abgetrennt.

Das gewonnene, elektrochemisch abgeschiedene Kobalt wird in einem Vakuumschmelzprozeß, beispielsweise durch Elektronenstrahlschmelzen oder dergleichen, eingeschmolzen, um darin enthaltene kleinere Mengen an flüchtigen Elementen, wie Na, K und dergleichen, zu beseitigen.

Bei dem Elektronenstrahlschmelzen wird zunächst eine Elektrode (vorliegend aus elektrochemisch abgeschiedenem Kobalt) gefertigt, die dann erneut aufgelöst wird, um einen weiter gereinigten Block zu erhalten. Während des Schmelzens der Elektrode unter einer hohen Temperatur und im Vakuum werden die vorstehend erwähnten flüchtigen Komponenten verdampft. Wenn beispielsweise die zu schmelzende Menge 5 kg beträgt, wird das Elektronenstrahlschmelzen unter den folgenden Bedingungen ausgeführt: Strom: 0,7 A, Spannung: 20 kV, Vakuum: 10⁻⁶ mmHg, Zeitdauer: 2 h.

Ein auf die vorliegend beschriebene Weise hergestelltes hochreines Kobalt zeichnet sich dadurch aus, daß die Verunreinigungen bis auf ein Minimum beseitigt sind; es eignet sich als Targetwerkstoff für Halbleiteranwendungen und andere Zwecke. Es wird ein Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt erhalten, bei dem der Na-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der K-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der Fe-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Ni-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Cr-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der U-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der Th-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der C-Gehalt 50 ppm oder weniger und vorzugsweise 10 ppm oder weniger, beträgt; und der O-Gehalt 100 ppm oder weniger beträgt.

wobei der Rest aus Kobalt und unvermeidbaren Verunreinigungen besteht.

Die Erfindung ist anhand der nachstehenden Beispiele und Vergleichsbeispiele näher erläutert, die keine Einschränkung darstellen sollen.

5

Beispiel 1

600 g Roh-Stückkobalt mit der in Tabelle I angegebenen Reinheit wurden in einen Behälter eingebracht, der etwa 12,5 l wäßrige Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 11,6N enthielt. Die Temperatur wurde auf 95°C gesteigert. Nach 7 Stunden wurde eine wäßrige Kobaltchloridlösung erhalten, wobei die Chlorwasserstoffsäurekonzentration 9N betrug und die Kobaltkonzentration einen Wert von 50 g/l hatte.

12 l dieser Lösung wurden durch eine Polypropylenkolonne (150 mm Durchmesser: 1200 mm Länge) hindurchgeleitet, in die 12 l Anionenaustauscherharz (MUROMACHI KAGAKU: DOWEX 2 × 8) eingebracht waren. Man ließ Kobalt auf dem Anionenaustauscherharz adsorbieren; danach wurde mit 12 l Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 9N gewaschen.

Sodann wurden 18 l Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 4N durch die Kolonne geleitet, um Kobalt zu eluieren. Die erhaltene wäßrige Kobaltchloridlösung wurde bis zum Trockenzustand bei 140°C unter Verwendung einer Rotationsverdampfungseinrichtung verdampft. 1600 g verdampftes und getrocknetes Material wurden erhalten; es handelte sich dabei um $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Dieses Material wurde in reinem Wasser gelöst, um 10 l Lösung mit einer Kobaltkonzentration von 60 g/l zu erhalten. Nach Einstellen des pH-Wertes der Lösung auf 1 wurde die gereinigte Kobaltlösung in eine elektrolytische Zelle in einer Menge von 5 l eingebracht. Der restliche Teil wurde als Katholyt-Speiselösung benutzt.

Anschließend wurde die elektrolytische Raffination bei einer Stromdichte von 0,02 A/cm² und einer Temperatur von 50°C durchgeführt, wobei ein Rohkobaltblech als Kathode verwendet wurde. Die Anodenseite und die Kathodenseite waren durch eine Zwischenwand (FILTER CLOTH PP-2020, hergestellt von der YASUZUMI ROSHI 5K.K.) getrennt. Die gereinigte wäßrige Kobaltchloridlösung wurde in einer Zufuhrmenge von 120 ml/h eingebracht, während der Anolyt mit der gleichen Durchflußmenge wie auf der Kathodenseite abgezogen wurde. Nach 40 h wurden 83 g elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt mit einer Ausbeute von 95% erhalten. Das elektrochemisch abgeschiedene Kobalt wurde einem Elektronenstrahl-Schmelzvorgang unterzogen; es wurden 79 g hochreines Kobalt gleichfalls mit der Ausbeute von 95% erhalten. Die Reinheiten des bei den vorstehend genannten Arbeitsgängen erhaltenen Kobalts sind gleichfalls in Tabelle I angegeben.

Tabelle I

	Fe	Ni	Na	K	U	Th
Ausgangsstoff	20	300	1,8	3,4	0,10	0,06
$\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,05	0,07	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
elektrochemisch abgeschiedenes Co	0,2	0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
nach Elektronenstrahl-schmelzen	0,2	0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01

[Einheit: ppm; U, Th : ppb]

50

Beispiel 2

600 g Roh-Stückkobalt mit der in Tabelle II angegebenen Reinheit wurden in einen Behälter eingebracht, der etwa 12,5 l wäßrige Chlorwasserstoffsäurelösung mit einer Konzentration von 11,6 N enthielt. Die Temperatur wurde auf 95°C gesteigert. Nach 7 h wurde eine wäßrige Kobaltchloridlösung erhalten, wobei die Konzentration der Chlorwasserstoffsäure 9N betrug und die Kobaltkonzentration bei 50 g/l lag.

12 l dieser Lösung wurden durch eine Polypropylenkolonne (150 mm Durchmesser, 1200 mm Länge) hindurchgeleitet, in die 12 l Anionenaustauscherharz (MUROMACHI KAGAKU: DOWEX 2 × 8) eingebracht waren. Man ließ Kobalt auf dem Anionenaustauscherharz adsorbieren. Danach wurde mit 12 l Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 9N gewaschen.

Als nächstes wurden 18 l Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 4N durch die Kolonne geleitet, um Kobalt zu eluieren. Die erhaltene wäßrige Kobaltchloridlösung wurde bei 110°C unter Verwendung einer Rotationsverdampfungseinrichtung bis zum Trockenzustand eingedampft. Es wurden 600 g eingedampftes und getrocknetes Material auf der Basis der Co-Umwandlung erhalten. Dabei handelte es sich um $\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Dieses Material wurde in reinem Wasser aufgelöst, um 10 l eine Lösung mit einer Kobaltkonzentration von 60 g/l zu erhalten.

Nach Einstellen des pH-Wertes auf 2 wurden organische Stoffe durch eine Aktivkohlebehandlung beseitigt. Die gereinigte Kobaltlösung wurde in eine Elektrolytzelle in einer Menge von 5 l eingebracht. Der Rest wurde

als Katholyt-Speiselösung verwendet.

Die Aktivkohle wurde mit einer Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 6N gewaschen, um in ausreichend m Umfang Verunreinigungen, wie Fe, zu beseitigen.

Sodann wurde die elektrolytische Raffination bei einer Stromdichte von 0,02 A/cm² und einer Temperatur von 50°C unter Verwendung eines Rohkobaltbleches als Kathode durchgeführt. Die Anodenseite und die Kathodenseite waren durch eine Zwischenwand (FILTER CLOTH PP-2020, hergestellt von der YASUZUMI ROSHI K.K.) voneinander getrennt. Die gereinigte wäßrige Kobaltchloridlösung wurde in einer Zufuhrmenge von 120 ml/h zugeführt, während der Anolyt mit der gleichen Durchflußmenge wie auf der Kathodenseite abgezogen wurde. Nach 40 h wurden 83 g elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt bei einer Ausbeute von 95% erhalten. Die elektrolytische Abscheidung hatte eine flache Oberfläche ohne Unregelmäßigkeiten. Es kam zu keinem Abschälen des elektrolytisch abgeschiedenen Co.

Das elektrolytisch abgeschiedene Kobalt wurde einem Elektronenstrahl-Schmelzvorgang unterzogen, worauf eine maschinelle Bearbeitung zur Bildung eines Sputtering-Targets erfolgte.

Die Reinheiten des elektrochemisch abgeschiedenen Kobalts und des Kobalts nach dem Elektronenstrahl-Schmelzen sind in der Tabelle II zusammengestellt.

Beispiel 3

Es wurde ein Arbeitsvorgang ähnlich dem Beispiel 2 durchgeführt, mit der Ausnahme, daß Aktivkohle verwendet wurde, die nicht säurebehandelt war. Die Reinheit des auf diese Weise erhaltenen, elektrochemisch abgeschiedenen Kobalts ist in Tabelle II angegeben. Es ist zu erkennen, daß in diesem Fall der Gehalt an der Verunreinigung Fe höher ist. Es traten jedoch keine Probleme auf, wenn eine Aktivkohle mit einem niedrigeren Fe-Gehalt verwendet wurde.

Beispiel 4

Das Verfahren wurde ähnlich dem Beispiel 2 durchgeführt, mit der Ausnahme, daß keine Aktivkohlebehandlung erfolgte. Die Reinheit des auf diese Weise erhaltenen, elektrochemisch abgeschiedenen Kobalts ist in Tabelle II angegeben. Das Kobalt hatte im elektrochemisch abgeschiedenen Zustand eine unebene Oberfläche; ein Teil des Kobalts löste sich von dem Kathodenblech ab und war sehr spröde.

Tabelle II

	Fe	Ni	Na	K	U	Th	C	O	N	H
Ausgangsmaterial	20	300	1,8	3,4	0,10	0,06	100	120	10	40
Beispiel 2 (nach elektrolytischer Raffination)	0,2	0,2	<0,05	<0,05	<0,01	<0,01	10	80	8	40
Beispiel 2 (nach Elektronenstrahlschmelzen)	0,2	0,2	<0,05	<0,05	<0,01	<0,01	6	80	2	<0,1
Beispiel 3	5,5	0,2	<0,05	<0,05	<0,01	<0,01	10	80	8	40
Beispiel 4	0,2	0,2	<0,05	<0,05	<0,01	<0,01	90	600	40	100

[Einheit: ppm; U, Th: ppb]

Testdaten, die erhalten wurden, wenn Zerstäubungen unter Verwendung der in den Beispielen 2, 3 und 4 hergestellten Targets erfolgten, sind nachstehend angegeben.

Zerstäubungs-Testdaten

(1) Unter Verwendung von in den Beispielen 2, 3 und 4 hergestellten Targets wurden Zerstäubungen vorgenommen. Die Verunreinigungen in den gesputterten Filmen wurden mit GDMS analysiert. Die Ergebnisse waren wie folgt (die Gaskomponenten konnten nicht nachgewiesen werden).

Tabelle III

Ergebnisse von quantitativen Analysen der durch Sputtern von drei Arten von Targets erhaltenen Filme

	Fe	Ni	Na	K	U	Th
Beispiel 2	0,2	0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
Beispiel 3	5,0	0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
Beispiel 4	0,2	0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01

[Einheit: ppm; U, Th: ppb]

Es ist festzustellen, daß nur im Beispiel 3 Fe in hoher Konzentration festgestellt wurde.

(2) Die obigen Filme wurden einer SIMS-Analyse unterzogen, um qualitativ Co, O, N und H zu analysieren. Obwohl die absoluten Mengen der betreffenden Komponenten unbekannt waren, zeigte das Beispiel 2 die niedrigsten Werte für diese Komponenten. Wenn die Intensität des Beispiels 2 als 1 gewertet wird, waren die relativen Intensitäten der Beispiele 3 und 4 wie folgt:

Tabelle IV

	C	O	N	H
Beispiel 2	1	1	1	1
Beispiel 3	2	1	4	> 50
Beispiel 4	20	10	20	> 50

(3) Die elektrischen Widerstände der obigen Filme wurden gemessen. Es wurden die folgenden Ergebnisse erzielt:

Tabelle V

	im aufgetragenen Zustand	nach Wärmebehandlung bei 700 °C
Beispiel 2	35 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$	10 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$
Beispiel 3	36 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$	13 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$
Beispiel 4	40 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$	15 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$

Das Verfahren gemäß Anspruch 1 erlaubt es, hochreines Kobalt mit einer Reinheit von 5N oder höher in stabiler Qualität und auf einfache Weise mit niedrigem Kostenaufwand herzustellen, indem ein Anionenaustauschprozeß in Kombination mit einem elektrolytischen Raffinationsverfahren verwendet wird, wobei ferner gegebenenfalls zusätzlich ein Vakumschmelzverfahren vorgesehen werden kann.

Das Verfahren des Anspruchs 5 zeichnet sich durch im wesentlichen die gleichen Vorteile aus; es sieht zusätzlich eine Aktivkohlebehandlung vor.

Das erhaltene hochreine Kobalt eignet sich als Sputtering-Target-Werkstoff für die Herstellung von Halbleiter-Anordnungen und andere Zwecke.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt, bei dem:

a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäurekonzentration von 7 bis 12N

- hat und mindestens Fe und/oder Ni als Verunreinigung enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird so daß Kobalt von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert wird;
- b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;
- c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird; und
- d) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Anode und Kathode durch eine Zwischenwand oder eine Anionenaustauschermembran getrennt sind und die gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid in die Kathodenseite mindestens intermittierend eingegeben wird, während der Anolyt mindestens intermittierend abgezogen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der abgezogene Anolyt mit dem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, nachdem seine Chlorwasserstoffsäurekonzentration auf 7 bis 12N eingestellt wurde.
4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das elektrolytisch abgeschiedene Kobalt vakuumgeschmolzen wird.
5. Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt, bei dem:
- a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäurekonzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni als Verunreinigung enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, so daß Kobalt von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert wird;
- b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;
- c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird;
- d) in der gereinigten wäßrigen Lösung von Kobaltchlorid vorhandene organische Stoffe durch Behandlung mit Aktivkohle beseitigt werden; und
- e) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten.
6. Verfahren zum Erzeugen von hochreinem Kobalt, bei dem:
- a) eine wäßrige Lösung von Kobaltchlorid, die eine Chlorwasserstoffsäurekonzentration von 7 bis 12N hat und mindestens Fe und/oder Ni, Alkalimetalle, wie Na und K, sowie radioaktive Metalle, wie U und Th, als Verunreinigungen enthält, mit einem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, so daß Kobalt sowie Fe und U von dem Anionenaustauscherharz adsorbiert werden;
- b) das Kobalt unter Verwendung von Chlorwasserstoffsäure mit einer Konzentration von 1 bis 6N als Elutionslösung eluiert wird;
- c) die eluiertes Kobalt enthaltende Lösung verdampft und getrocknet oder auf andere Weise konzentriert wird und eine gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid mit einem pH-Wert von 0 bis 6 erzeugt wird;
- d) in der gereinigten wäßrigen Lösung von Kobaltchlorid vorhandene, von dem Anionenaustauscherharz abgeleitete organische Stoffe durch Behandlung mit Aktivkohle beseitigt werden; und
- e) eine elektrolytische Raffination unter Verwendung der gereinigten wäßrigen Lösung als Elektrolyt durchgeführt wird, um elektrochemisch abgeschiedenes Kobalt zu erhalten.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß Anode und Kathode durch eine Zwischenwand oder eine Anionenaustauschermembran getrennt sind und die gereinigte wäßrige Lösung von Kobaltchlorid in die Kathodenseite mindestens intermittierend eingegeben wird, während der Anolyt mindestens intermittierend abgezogen wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der abgezogene Anolyt mit dem Anionenaustauscherharz in Kontakt gebracht wird, nachdem seine Chlorwasserstoffsäurekonzentration auf 7 bis 12N eingestellt wurde.
9. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß das elektrolytisch abgeschiedene Kobalt vakuumgeschmolzen wird.
10. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivkohle zuvor mit einer Säure behandelt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivkohlebehandlung zu einer beliebigen Zeit von der Kobaltelution bis zum elektrolytischen Raffinieren erfolgt.
12. Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt, bei dem der Na-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der K-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der Fe-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Ni-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Cr-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der U-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der Th-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der C-Gehalt 50 ppm oder weniger beträgt und der O-Gehalt 100 ppm oder weniger beträgt; und bei dem der Rest aus Kobalt und unvermeidbaren Verunreinigungen besteht.
13. Sputtering-Target aus hochreinem Kobalt, bei dem der Na-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der K-Gehalt 0,05 ppm oder weniger beträgt; der Fe-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Ni-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der Cr-Gehalt 1 ppm oder weniger beträgt; der U-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der Th-Gehalt 0,01 ppb oder weniger beträgt; der C-Gehalt 10 ppm oder weniger beträgt und der

O-Gehalt 100 ppm oder weniger beträgt; und bei dem der Rest aus Kobalt und unvermeidbaren Verunreinigungen besteht.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65